

Separation of 1-methoxy-2-propanol and water

Patent Number: ☐ US5080794
Publication date: 1992-01-14
Inventor(s): KRUG JOSEPH (DE); REISSENWEBER GERNOT (DE); KOOB KNUT (DE)
Applicant(s): BASF AG (DE)
Requested Patent: ☐ EP0425893, B1
Application Number: US19900599835 19901019
Priority Number(s): DE19893936052 19891028
IPC Classification: B01D61/00
EC Classification: C07C41/36, C07C43/13C1
Equivalents: CA2028666, ☐ DE3936052, ES2041099T, JP2831457B2, ☐ JP3145436, KR195533

Abstract

A batchwise or continuous process for separating water from a mixture of water and 1-methoxy-2-propanol by passing a heated mixture in liquid or gaseous form over a hydrophilic membrane which is selective to the passage of water.

Data supplied from the esp@cenet database - I2



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



Veröffentlichungsnummer: **0 425 893 A1**

12

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21 Anmeldenummer: 90119880.4

51 Int. Cl.⁵: **C07C 43/13, C07C 41/34,
B01D 61/36**

22 Anmeldetag: 17.10.90

30 Priorität: 28.10.89 DE 3936052

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
08.05.91 Patentblatt 91/19

84 Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE ES FR GB IT LI NL SE

71 Anmelder: **BASF Aktiengesellschaft**
Carl-Bosch-Strasse 38
W-6700 Ludwigshafen(DE)

72 Erfinder: **Krug, Joseph, Dr.**
Franz-von-Sickingen-Strasse 9
W-6700 Ludwigshafen(DE)
Erfinder: **Reissenweber, Gernot, Dr.**
Drosselstrasse 15
W-6737 Boehl-Iggelheim(DE)
Erfinder: **Koob, Knut, Dr.**
Lorscher Strasse 7
W-6704 Mutterstadt(DE)

54 Verfahren zur Trennung eines Gemisches aus 1-Methoxypropanol-2 und Wasser in seine Bestandteile.

57 Verfahren zur Trennung eines Gemisches aus 1-Methoxypropanol-2 und Wasser in seine Bestandteile, wobei die Trennung mittels Pervaporation durchgeführt wird.

EP 0 425 893 A1

VERFAHREN ZUR TRENNUNG EINES GEMISCHES AUS 1-METHOXYPROPANOL-2 UND WASSER IN SEINE BESTANDTEILE

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Trennung eines Gemisches aus 1-Methoxypropanol-2 und Wasser in seine Bestandteile.

1-Methoxypropanol-2 ist ein häufig verwendetes Lösungsmittel in der chemischen Industrie, beispielsweise als Lösungsmittel für chemische Reaktionen oder für die Umkristallisation von bestimmten Verbindungen. Nach dem Einsatz fällt dabei das 1-Methoxypropanol-2 oft wasserhaltig an.

Da sich das Gemisch beispielsweise durch einfache Destillation/Rektifikation nur bis zum Azeotrop auftrennen läßt und die üblichen Methoden zur Stofftrennung von Azeotropen wie beispielsweise Druckwechselverfahren, Schleppmitteldestillation etc. nicht zum Erfolg führen, fallen bei der Gewinnung des 1-Methoxypropanol-2 zwangsläufig hohe Verluste an. Das Azeotrop selbst mußte bisher aufwendig entsorgt werden, beispielsweise durch Verbrennung.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, Verluste des Wertproduktes 1-Methoxypropanol-2 zu vermeiden.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß die Trennung mittels Pervaporation durchgeführt wird, wobei das Gemisch flüssig oder gasförmig über eine hydrophile Membran geführt wird.

Das Verfahren kann technisch sowohl in Batch- als auch in kontinuierlicher Fahrweise betrieben werden. Beide Verfahrensmöglichkeiten werden nachstehend detailliert beschrieben.

Beispiel 1

Batchfahrweise, Entwässerung von 1-Methoxypropanol-2 durch Pervaporation

Das diskontinuierliche durchgeführte Verfahren ist in Figur 1 dargestellt. Dabei wird ein Gemisch aus 55 Gew.-% 1-Methoxypropanol-2 und 45 Gew.-% Wasser mit 718 gr im Behälter 1 bei Raumtemperatur vorgelegt. Diese Vorlaufmenge wird über die Pumpe 2 und die Testzelle PV mit der Membranfläche M von 100 cm² ca. 7 mal in der Stunde im Kreis gefahren. Am Druckhalteventil 3 wird ein Überdruck von 2,5 bar eingestellt. Auf der Permeatseite liegt ein absoluter Druck von 25 mbar an. Das Permeat wird in den Kühlfallen 4a oder 4b bei ca. -80 °C ausgefroren. Die Analyse des Permeats und des Behälterinhaltes erfolgt ca. 1 mal in der Stunde. Nach der An-Einfahrweise wird das Feed vom Thermostaten 5 innerhalb einer Stunde von Raum-

temperatur auf 95 °C erwärmt und konstant gehalten (Zeitpunkt t₁). Der Temperaturunterschied zwischen der Feedtemperatur T₁ (PV-Ein) und der Retentattemperatur T₂ (PV-Aus) beträgt dann im Mittel ca. 2,8 °C. Nach 11 Stunden (Zeitpunkt t₂) ergibt sich eine Endproduktmenge von 409 gr mit 96 Gew.-% 1-Methoxypropanol-2 und 4 Gew.-% Wasser. Durch die hydrophile Membran sind 309 gr mit 98 Gew.-% Wasser und 2 Gew.-% 1-Methoxypropanol-2 permeiert. Der Fluß hat dabei von ca. 4,6 kg/m²h auf 1,2 kg/m²h abgenommen.

Beispiel 2

Kontinuierliche Fahrweise, Entwässerung von 1-Methoxypropanol-2 durch Pervaporation

Das kontinuierlich durchgeführte Verfahren ist in der Figur 2 dargestellt. Dabei wird ein Gemisch aus 86,8 Gew.-% 1-Methoxypropanol-2 und 13,2 Gew.-% Wasser mit ca. 10 kg im Behälter 1 bei Raumtemperatur vorgelegt. Die Pumpe 2 fördert ca. 5 kg/h im Kreis. Die Membranfläche M der Pervaporation beträgt 100 cm². Am Druckhalteventil 3 wird ein Überdruck von 2,5 bar eingestellt. Auf der Permeatseite liegt ein absoluter Druck von 52 mbar an. Das Permeat wird entweder in den Kühlfallen 4a und 4b bei ca. -80 °C ausgefroren oder im GC-Onlinebetrieb analysiert. Nach der Anfahrweise wird das Feed vom Thermostaten 5 innerhalb einer Stunde von Raumtemperatur auf 95 °C erwärmt und konstant gehalten. Der Temperaturunterschied zwischen der Feedtemperatur T₁ (PV-Ein) und der Retentattemperatur T₂ (PV-Aus) beträgt dann ca. 5,9 °C. Über eine Dosierpumpe 6 wird aus der Vorlage 7 dem Behälter 1 ungefähr soviel Gemisch zugeführt, wie Permeat bei der Pervaporation anfällt (Schnitt A-A). Das Permeat besteht aus 98,9 Gew.-% Wasser und 1,1 Gew.-% 1-Methoxypropanol-2. Der Fluß beträgt ca. 1,5 kg/m²h. Diese stationäre Betriebsweise mit konstanter Feedzusammensetzung wurde über einen Zeitraum von ca. 21 Stunden gefahren.

Die mit der Erfindung erzielten Vorteile bestehen darin, daß durch die Aufarbeitung des Azeotrops das Lösungsmittel 1-Methoxypropanol-2 zurückgewonnen und damit in den Prozeß zurückgeführt werden kann. Außerdem entfallen zusätzlich die Kosten für die Verbrennung des azeotropen Gemisches.

Ansprüche

1. Verfahren zur Trennung eines Gemisches aus 1-Methoxypropanol-2 und Wasser in seine Bestandteile, dadurch gekennzeichnet, daß die Trennung mittels Pervaporation durchgeführt wird.

5

2. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Trennung mittels einer hydrophilen Membrane durchgeführt wird.

10

15

20

25

30

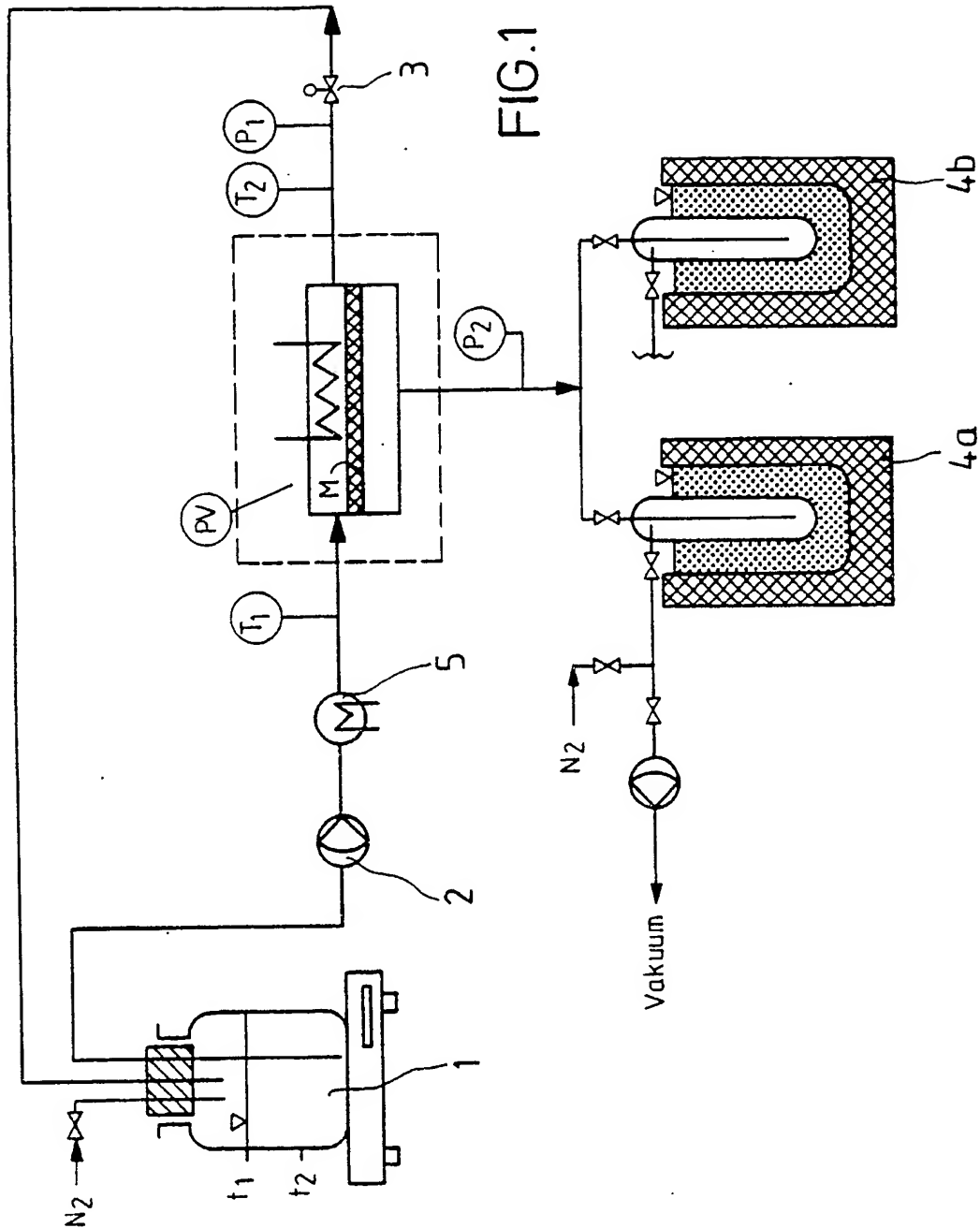
35

40

45

50

55



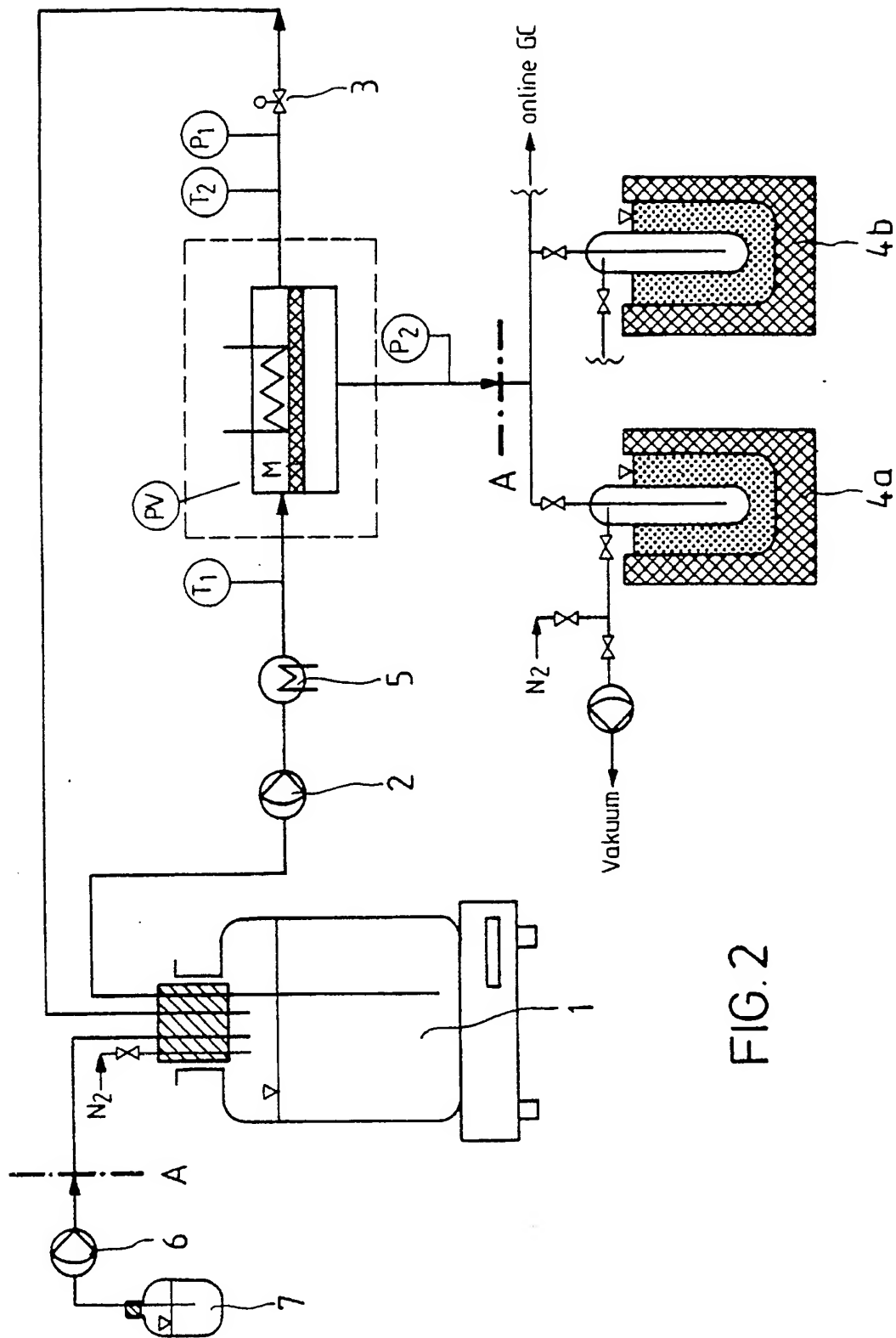


FIG. 2



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 90 11 9880

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.5)
A	DESALINATION, Band 53, 1985, Seiten 327-338, Elsevier Science Publishers B.V., Amsterdam, NL; G.F. TUSEL et al.: "Use of pervaporation systems in the chemical industry" * Seiten 332-336 *	1-2	C 07 C 43/13 C 07 C 41/34 B 01 D 61/36
A	US-A-4 728 429 (I. CABASSO) * Spalte 5, Zeile 49 - Spalte 7, Zeile 39; Beispiele *	1-2	
A	EP-A-0 307 636 (TEXACO) * Ansprüche 7-8 *	1-2	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.5)
			C 07 C 41/00 C 07 C 43/00 B 01 D 13/00 B 01 D 61/00
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort		Abschlußdatum der Recherche	Prüfer
Den Haag		14 Januar 91	ZERVAS B.
<div>KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE</div> <div><div>X: von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y: von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A: technologischer Hintergrund O: mchtschriftliche Offenbarung P: Zwischenliteratur T: der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze</div><div>E: älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D: in der Anmeldung angeführtes Dokument L: aus anderen Gründen angeführtes Dokument &: Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument</div></div>			